

**This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

**Defective images within this document are accurate representation of  
The original documents submitted by the applicant.**

**Defects in the images may include (but are not limited to):**

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORLED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

51

Int. Cl.:

C 01 b, 33/18

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.: 12 i, 33/18

10

11

21

22

43

# Offenlegungsschrift 2 342 713

Aktenzeichen: P 23 42 713.6

Anmeldetag: 23. August 1973

Offenlegungstag: 7. März 1974

Ausstellungspriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: 24. August 1972

33

Land: V. St. v. Amerika

31

Aktenzeichen: 283467

54

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von gefällten amorphen Kieselsäuren

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: Societe Francaise des Silicates Speciaux Sifrance, Paris

Vertreter gem. § 16 PatG: Wuesthoff, F., Dr.-Ing.; Pechmann, E. Frhr. von, Dr.;  
Behrens, D., Dr.-Ing.; Goetz, R., Dipl.-Ing.; Pat.-Anwälte,  
8000 München

72

Als Erfinder benannt: Wason, Satish Kumar, Churchville; Heem, Peter van der, Perryville;  
Jurinski, Neil Bernard, Churchville; Md. (V.St.A.)

DT 2342713

DR. ING. F. WUESTHOFF  
DR. E. FECHMANN  
DR. ING. D. BEHRENS  
DIPL. ING. R. GOETZ  
PATENTANWÄLTE

8 MÜNCHEN 90  
SCHWEIGERSTRASSE 2  
TELEFON (0811) 66 20 31  
TELEX 5 24 070  
TELEGRAMME:  
PROTECPATENT MÜNCHEN

1A-43 504

2342713

B e s c h r e i b u n g  
zu der Patentanmeldung

Société Française des Silicates Spéciaux  
"Sifrance"  
8, rue de Lincoln, 75008 - Paris, Frank-  
reich

betreffend

Verfahren zur Herstellung von gefällten amorphen Kieselsäuren

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von gefällten amorphen Kieselsäuren mit verbesserten physikalischen und chemischen Eigenschaften, insbesondere einem geringen Zurückhaltevermögen für Wasser vor dem Trocknen; Alkalisilicatlösungen werden mittels einer Säure oder einem ansäuernden Mittel angesäuert bis zu dem Punkt der beginnenden Ausfällung; darauf werden die Reaktionspartner gleichzeitig unter Konstanthaltung des pH-Wertes des Reaktionsmediums zugegeben. Die erhaltenen Produkte besitzen eine spezifische Oberfläche, die im Voraus durch die Wahl des pH-Wertes bestimmt ist; sie finden Anwendung in den Molekularsieben, Anstrichstoffen, als Füllstoffe

- 2 -

und in Füllkörpern. Gemäß einer Variante wird auch ein Metallsalz, beispielsweise ein lösliches Aluminiumsalz eingesetzt und es werden gefällte Alumosilicate hergestellt.

Es ist bekannt, gefällte, fein zerteilte und amorphe Kieselsäuren sowie bestimmte Alumosilicate vom Zeolith-Typ durch Ansäuern einer wäßrigen Säure eines Silicates mit einer Säure oder einem Salz der Säure, beispielsweise Aluminiumsulfat herzustellen. Derartige Produkte, die als Pigmente und Füllstoffe verschiedenster Art Verwendung finden, werden unter den Handelsbezeichnungen Zeo, Zeolex und Arogen vertrieben. Beispiele für diese Produkte sowie die Verfahren zu ihrer Herstellung werden in den US-Patentschriften 2 739 073, 2 843 346 und 3 582 179 beschrieben.

Allgemein besitzen diese bekannten Pigmente folgende Eigenschaften:

hohes Wasser-Zurückhaltevermögen - als Wasser-Zurückhaltung oder -Retention wird diejenige Menge Wasser bezeichnet, die in einem Filterkuchen nach dem Filtrieren der Reaktionsmasse und nach dem Waschen des Kuchens zurückgehalten und die durch den Wasserverlust beim Trocknen bei etwa 105°C bestimmt wird -

erhöhte Öleindickungszahl, niedrige Abriebzahl "Valley", hohe spezifische Oberfläche und geringe Dichte. Infolge dieser Eigenschaften, insbesondere der Ölzahl und der spezifischen Oberfläche finden diese Pigmente vielfache Verwendung in der Kautschukindustrie, der Anstrichmittelindustrie und der Papierindustrie und zwar unter anderem als Mittel zur Steuerung der Feuchtigkeit. Jedoch ist das erhöhte Wasser-Zurückhaltevermögen ein Nachteil, weil hierdurch die Filtrierzeiten und Trockenzeiten verlängert und damit die Herstellungskosten erhöht werden. Bei den bekannten Her-

- 3 -

- 3 -

stellungsverfahren für Kieselsäure-Pigmente liegt deshalb die Wasserzurückhalterate bei etwa 82 %; dies bedeutet, daß 100 Teile gewaschener feuchter Filterkuchen nur 18 Teile trockenes Pigment liefern.

Nachfolgend wird als "Struktur" oder Gefüge die Fähigkeit eines Kieselsäurematerials in Form eines feuchten Filterkuchens zur Wasserzurückhaltung bezeichnet. Deshalb werden Kieselsäuren, beispielsweise die oben beschriebenen bekannten gefällten Kieselsäuren, die sehr viel Wasser, beispielsweise 75 bis 85 % zurückhalten können, Kieselsäuren mit hoher Struktur genannt. Produkte, die weniger als 75 %, vorzugsweise etwa 50 bis 70 % Wasser im feuchten Filterkuchen zurückhalten, werden Kieselsäuren mit niedriger Struktur bezeichnet.

Oben wurde bereits kurz darauf hingewiesen, daß die bekannten gefällten Kieselsäuren durch Reaktion einer wäßrigen Silicatlösung mit einer Säure hergestellt werden. Die Art und Beschaffenheit der erhaltenen Kieselsäure als Endprodukt hängt zum Teil von der Beschaffenheit der für die Herstellung eingesetzten Silicatlösung ab. Beispielsweise wird allgemein angenommen, daß die gebräuchlicherweise eingesetzten Natriumsilicatlösungen mehr oder weniger stark polymerisiert sind, je nach dem Molverhältnis von Siliciumdioxid zu Natriumoxid,  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ . Natriummetasilicat mit Verhältnis 1 besitzt überwiegend monomeren Charakter, während das "lösliche Glas" oder Wasserglas mit Verhältnis 3,3 gleichzeitig monomeren und polymeren Charakter besitzt. Das Verhältnis von Polymer zu Monomer im Silicatanion nimmt mit Molverhältnis  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  zu. Jedoch bleibt bei Zugabe von Säure zu der Alkalisilicatlösung das Reaktionsgemisch klar bis an einem bestimmten Punkt eine leichte Trübung auftritt; dieser Punkt wird Trübungs-

- 4 -

oder Opaleszenzpunkt genannt. Wird mit der Säurezugabe fortgefahren, so beginnt die Kieselsäure oder das  $\text{SiO}_2$ -Pigment auszufallen, bis die gesamte Silicatlösung ausgefällt ist. Bei den bekannten Verfahren ändert sich der pH-Wert des Reaktionsgemisches in dem Maße, in dem Säure zugegeben wird und beträgt bei Reaktionsende allgemein 5,5 bis 6,5. Das Reaktionsgemisch wird dann filtriert, der Filterkuchen gewaschen und getrocknet mit allen Nachteilen, die durch das starke Zurückhalten von Wasser hervorgerufen werden.

Es hat sich nun überraschenderweise gezeigt, daß Kieselsäuren mit geringem Zurückhaltevermögen für Wasser vor dem Trocknen erhalten werden, wenn nach Zugabe von Säure zur Silicatlösung bis zum ersten Auftreten der Opaleszenz die Ausfällung der Kieselsäure bei konstantem pH-Wert erfolgt. Außerdem besitzen die erhaltenen Produkte physikalische und chemische Eigenschaften, die alle von dem angewandten bzw. eingehaltenen pH-Wert abhängen.

Es hat sich vorallem gezeigt, daß man durch Wahl unterschiedlicher Werte für den pH-Wert beim Ausfällen Kieselsäuren mit niederer Struktur erhalten kann, deren spezifische Oberflächen entweder groß oder klein sind und die zudem eine gleichmäßige Teilchengröße aufweisen.

Die Erfindung betrifft daher ein Verfahren zur Herstellung von gefällten amorphen Kieselsäuren mit verbesserten physikalischen und chemischen Eigenschaften, vorallem mit geringem Zurückhaltevermögen für Wasser vor dem Trocknen das durch folgende Stufen gekennzeichnet ist: man säuert eine wäßrige Alkalisilicatlösung mit einer Säure bis zum Punkt der beginnenden Ausfällung der Kieselsäure an; man setzt die

- 5 -

Zugabe der Säure zu der Silicatlösung ohne Unterbrechung der Reaktion fort unter gleichzeitiger Zugabe von Alkalisilicatlösung derart, daß der pH-Wert des Reaktionsmediums praktisch konstant gehalten wird, bis die Ausfällung der Kieselsäure beendet ist, worauf man die ausgefällte Kieselsäure von dem wäßrigen Reaktionsmedium abtrennt, trocknet und fein zerteilt.

Vorzugsweise wird eine starke Mineralsäure wie Schwefelsäure, Salpetersäure oder Salzsäure gewählt; es können aber auch beliebige andere Säuren einschließlich der organischen Säuren wie Essigsäure und Ameisensäure sowie Kohlensäure verwendet werden. Die Säure wird in Form einer wäßrigen Lösung eingesetzt, deren Konzentration von der Art der gewählten Säure abhängt.

Als Silicat wird ein Natrium-, Kalium- oder Lithiumsilicat eingesetzt.

Mit Alkalisilicat werden hier alle üblichen Formen von Alkalisilicaten bezeichnet, wie z.B. die Metasilicate, Disilicate und Wasserglas. Vorteilhafterweise werden wasserlösliche Kaliumsilicate und Natriumsilicate verwendet, wobei die letzteren häufig aus wirtschaftlichen Gründen bevorzugt werden.

Vorzugsweise wird das Verfahren mit einem Natriumsilicat durchgeführt, dessen Molverhältnis  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  etwa 1 bis 4 beträgt.

Sehr vorteilhaft ist es, mit einem Natriumsilicat mit Molverhältnis  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  von 2,3 bis 2,7 oder auch von 3,5 zu arbeiten.

- 6 -

- 6 -

Das erfindungsgemäße Verfahren wird allgemein folgendermaßen durchgeführt:

eine Alkalisilicatlösung wird zunächst in einem Reaktor bei einer Temperatur von etwa 38 bis 103°C, vorzugsweise von 65 bis 79°C vorgelegt. Diese Temperaturen, sowie die Einspeisungsmengen der Reaktionspartner, die Konzentrationen beispielsweise der Alkalisilicat- und Säurelösungen sind die gleichen, wie sie bei bekannten Verfahren eingehalten werden. Für das erfindungsgemäße Verfahren hat sich jedoch als besonders vorteilhaft erwiesen, Alkalisilicatlösungen in einer Konzentration von 120 bis etwa 300 g/l einzusetzen.

Der vorgelegten Silicatlösung wird die Säure oder das saure Mittel zugegeben, beispielsweise Schwefelsäure, bis zum ersten Auftreten einer leichten Trübung, die auch Opaleszenzpunkt genannt wird. In diesem Moment und ohne Unterbrechung der Reaktion zu irgendeinem Zeitpunkt beginnt man mit der gleichzeitigen Zugabe beider Reaktionspartner in Form eines Vorgemisches der wäßrigen Lösungen der Säure und des verbliebenen Anteils Silicat; die Einspeisung kann auch getrennt erfolgen. Die gleichzeitige Zugabe der beiden Reaktionspartner wird derart und mit solchen Mengen vorgenommen, daß der pH-Wert des Reaktionsmediums konstant bleibt, bis die Ausfällung der Kieselsäure beendet ist.

Wenn die Ausfällung beendet und die Gesamtmenge Silicat zugegeben worden ist, wird der pH-Wert des Reaktionsbreis durch Zugabe von überschüssiger Säure herabgesetzt. Darauf wird die Kieselsäure in an sich bekannter Weise abgetrennt, gewaschen und getrocknet.

- 7 -



Es genügt zwar, in den Reaktor zunächst nur etwa  $1/4$  des gesamten notwendigen Silicates vorzulegen; es hat sich aber gezeigt, daß man ein homogeneres Produkt erhält, wenn im Reaktor etwa die Hälfte bis zu  $2/3$  der Gesamtmenge Alkalisilicat vorgelegt wird. Die Restmenge Silicat wird dann gleichzeitig mit der Säure zugegeben, so daß die Reaktion bei praktisch konstantem pH-Wert erfolgt.

Es kann auch der zum Ausfällen gewählte pH-Wert verändert werden durch einfaches Ändern der Mengenverhältnisse von Säure zu Silicat; dieses einfache Mittel wird im Hinblick auf die technische Durchführung sehr geschätzt.

Ein besonderer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens liegt darin, daß man durch Wahl des pH-Wertes beim Ausfällen bestimmte physikalische und chemische Eigenschaften des Endproduktes vorausbestimmen kann. Man erhält eine Kieselsäure mit einer relativ großen spezifischen Oberfläche von beispielsweise über  $100 \text{ m}^2/\text{g}$ , wenn man einen Fällungs-pH-Wert von über 10 wählt; am Ende der Ausfällung wird der pH-Wert auf etwa 5 bis 5,5 herabgesetzt.

Eine Kieselsäure mit kleiner spezifischer Oberfläche erhält man durch Wahl eines Fällungs-pH-Wertes im Bereich von 8 bis 9,5; am Ende der Ausfällung wird der pH-Wert auf einen Wert im Bereich von 6,5 bis 7 durch Zugabe überschüssiger Säure zurückgeführt. Die Säure muß jedoch vorsichtig zugegeben werden, um die Eigenschaften hinsichtlich der geringen spezifischen Oberfläche beizubehalten.

Gemäß einer vorteilhaften Ausführungsform des Verfahrens wird ein zusätzliches Element wie Aluminium oder vorallem Magnesium verwendet und in Silicat mit niedriger Struktur erzeugt, beispielsweise ein Natriumalumosilicat. Bei

- 8 -

dieser Ausführungsform werden zuvor Säure und gewähltes Element, beispielsweise Aluminium, vorzugsweise in Form eines wasserlöslichen Salzes wie Aluminiumsulfat vermengt und das Gemisch aus Säure und Metallsalz zum Ansäuern der Alkalisilicatlösung bis zur beginnenden Ausfällung eingesetzt. Von diesem Punkt an wird die Silicatlösung wie oben beschrieben mit dem Gemisch aus Säure und Metallsalz in Berührung gebracht, bis die Ausfällung des Endproduktes beendet ist.

Als zusätzliches Element kommen außer Aluminium und Magnesium auch Zink sowie die Erdalkalimetalle wie Calcium und Barium infrage.

Das zusätzliche Element wird, wie bereits angegeben, vorzugsweise in Form eines wasserlöslichen Salzes eingesetzt; dieses Salz muß selbstverständlich mit der für die Fällungsreaktion eingesetzten Säure verträglich sein. Es darf beispielsweise nicht mit dieser Säure zu einem unlöslichen Salz reagieren. Beispiele für erfindungsgemäß verwendbare Aluminiumsalze sind daher die löslichen Aluminiumsalze starker Säuren, wie Aluminiumsulfat, Aluminiumchlorid, Aluminiumnitrat und Ammoniumalaun. Vorzugsweise werden die Säure oder das ansäuernde Mittel in Form einer verdünnten Lösung eingesetzt, wobei die Konzentration der sauren Lösung vorteilhafterweise etwa 10 bis 25 % beträgt, bezogen auf das Gesamtgewicht der Lösung. Die bevorzugte Konzentration, die von der Art der gewählten Säure abhängt, wird vom Fachmann bestimmt.

Die erfindungsgemäß hergestellten Produkte finden Verwendung in Molekularsieben, in Anstrichmitteln als Trägermaterial und als Füllstoff. Durch Zugabe eines zusätzlichen Elementes

- 9 -

- 9 -

zum Reaktionsgemisch, beispielsweise von Aluminium, gemäß einer vorteilhaften Ausführungsform des Verfahrens, lassen sich gefällte Alumosilicate herstellen.

Die folgenden Beispiele dienen zur näheren Erläuterung der Erfindung.

#### Beispiel 1

In einem Reaktor mit Rührwerk wurden 133 l Wasserglaslösung enthaltend 150 g/l Natriumsilicat mit Molverhältnis  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = 2,5$  vorgelegt und auf  $79^\circ\text{C}$  erwärmt. Darauf wurde 11,4 %-ige Schwefelsäure in einer Menge von 3,2 l/min zugegeben, bis der pH-Wert  $10,1 \pm 0,1$  betrug.

Von diesem Moment an wurden Säure und Silicatlösung zusammen und gleichzeitig zugegeben und zwar in einer Menge von 3,2 l/min bzw. 5,45 l/min, so daß der pH-Wert konstant bei 10,1 blieb. Nach 25 min wurde die Silicatzugabe unterbrochen, Säure im Überschuß zugegeben und die Herstellung bei pH 5,0 zuende geführt. Anschließend wurde filtriert, der Filterkuchen gewaschen, getrocknet und zerteilt. Das erhaltene Produkt besaß eine spezifische Oberfläche von  $110 \text{ m}^2/\text{g}$  und ein Wasserzurückhaltevermögen von nur 70 %.

#### Beispiel 2

Es wurden 37,8 l der gleichen Silicatlösung wie in Beispiel 1 vorgelegt und mit 11,4 %-iger Schwefelsäure in einer Menge von 0,45 l/min versetzt, bis die Kieselsäure begann auszufallen. In diesem Zeitpunkt betrug der pH-Wert des Reaktionsgemisches 10,1. Von nun an wurden gleichzeitig 3,45 l/min Säurelösung und 4,55 l/min Silicatlösung zugegeben und der pH-Wert kon-

- 10 -

- 10 -

stant bei 9,0 gehalten.

Der pH-Wert wurde deshalb konstant bei 9,0 gehalten, um die Kieselsäureteilchen dicker werden zu lassen und ein stärker poröses Endprodukt zu erhalten mit geringerer spezifischer Oberfläche und höherer Dichte als die bekannten Kieselsäuren. Die ausgefällte Kieselsäure wurde dann wie oben beschrieben weiter behandelt und aufgearbeitet mit der Ausnahme, daß der End-pH-Wert durch Zugabe eines Säureüberschusses auf 6 eingestellt wurde. Das Endprodukt besaß eine spezifische Oberfläche von  $53 \text{ m}^2/\text{g}$  und ein Wasserzurückhaltevermögen von nur 64 %.

#### Beispiel 3

18,9 l Silicatlösung gemäß Beispiel 1 wurden wie dort vorgelegt und erwärmt und dann mit 10,5%-iger Säure zersetzt, bis eine leichte Trübung oder Ausfällung auftrat. Darauf wurden gleichzeitig 18,9 l Silicatlösung und 11,4 %-ige Säure in Mengen von 0,75 l/min und von 0,45 l/min zugegeben; schließlich wurde der pH-Wert auf 6,0 gebracht und das erhaltene Produkt abfiltriert, gewaschen, getrocknet und vermahlen.

#### Beispiel 4

Es wurde wie in Beispiel 3 verfahren mit der Abwandlung, daß 22,7 l Silicatlösung vorgelegt und zusammen mit der Säure 15,1 l Silicatlösung zugegeben wurden.

#### Beispiel 5

Es wurde gemäß Beispiel 4 verfahren mit der Abwandlung, daß die vorgelegte Menge Silicatlösung 26,3 l und die zusammen

mit der Säure zugegebene Silicatmenge 11,35 l betrug.

#### Beispiel 6

Es wurde wie in Beispiel 2 verfahren mit der Abwandlung, daß der Fällungs-pH-Wert bei  $9,9 \pm 0,1$  gehalten wurde.

#### Beispiel 7

Es wurde wie in Beispiel 1 gearbeitet mit der Abwandlung, daß der End-pH-Wert auf 3,2 gebracht wurde. Ein niederer pH-Wert am Ende der Ausfällung bewirkt, daß man Produkte mit größerer spezifischer Oberfläche erhält.

#### Beispiel 8

Gemäß den allgemeinen Bedingungen der Beispiele 1 bis 7 wurde eine Reihe von Versuchen durchgeführt, mit der Abwandlung, daß der Fällungs-pH-Wert auf unterschiedliche Werte von 6,5 bis 11,0 eingestellt wurde. Die Ergebnisse dieser Versuche waren praktisch die gleichen wie in den Beispielen 1 bis 7. Es zeigte sich allerdings, daß man Produkte mit vorbestimmten Eigenschaften und Merkmalen herstellen kann. Alle Produkte besaßen ein geringeres Zurückhaltevermögen für Wasser als die bekannten gefällten Kieselsäuren, das in allen Fällen unterhalb von 75 % lag. Außerdem bewirkte die Erhöhung des Fällungs-pH-Wertes eine Zunahme der spezifischen Oberfläche des Endproduktes.

#### Beispiel 9

Es wurde gemäß den Beispielen 1 bis 8 verfahren, jedoch mit Salpetersäure, Salzsäure, Essigsäure und Ameisensäure anstelle von Schwefelsäure. Es wurden praktisch die gleichen Ergebnisse wie in den Beispielen 1 bis 8 erhalten.

- 12 -

B e i s p i e l 10

In einer Reihe von Versuchen gemäß den allgemeinen Bedingungen der Beispiele 1 bis 9 wurde die Silicatlösung mit Molverhältnis 2,5 der Beispiele 1 bis 9 durch andere Wasserglaslösungen ersetzt, mit unterschiedlichen Werten von 1 bis 4 für das Molverhältnis  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ . Es wurden praktisch die gleichen Ergebnisse wie in den vorangegangenen Beispielen erhalten.

B e i s p i e l 11

Es wurde ein Kieselsäure-Pigment nach bekannter Verfahrensweise hergestellt. Die Gesamtmenge Silicatlösung wurde mit der Säure angesäuert bei nicht konstantem pH-Wert, bis die Fällung beendet war. Das erhaltene Produkt besaß ein Wasserzurückhaltevermögen von 85 % und war zudem nicht in dem Maße homogen wie die erfindungsgemäß hergestellten Produkte.

Patentansprüche

DR. ING. F. WUESTHOFF  
DR. E. PECHMANN  
DR. ING. D. BEHRENS  
DIPLOM. ING. R. GOETZ  
PATENTANWÄLTE

8 MÜNCHEN 80  
SCHWEIFERSTRASSE 2  
TELEFON (0811) 662051  
TELEX 524070  
TELEGRAMME:  
PROTECPATENT MÜNCHEN  
1A-43 504

- 13 -

### P a t e n t a n s p r ü c h e

- ① Verfahren zur Herstellung von gefällten amorphen Kieselsäuren mit verbesserten physikalischen und chemischen Eigenschaften, insbesondere mit geringem Zurückhaltevermögen für Wasser vor dem Trocknen durch Ausfällen aus einer Alkalisilicatlösung mittels Säure dadurch g e k e n n - z e i c h n e t , daß man in einer ersten Stufe die wäßrige Alkalisilicatlösung mittels Säure bis zur beginnenden Ausfällung ansäuert, worauf man in einer zweiten Stufe ohne Unterbrechung der Reaktion die Säurezugabe fortsetzt und durch gleichzeitige Zugabe einer Alkalisilicatlösung den pH-Wert des Reaktionsmediums bis zur beendeten Ausfällung konstant hält und schließlich in an sich bekannter Weise die ausgefällte Kieselsäure isoliert, trocknet und fein zerteilt.
2. Verfahren nach Anspruch 1 dadurch g e k e n n - z e i c h n e t , daß man eine starke Mineralsäure wie Schwefelsäure, Salpetersäure und Salzsäure einsetzt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 dadurch g e k e n n - z e i c h n e t , daß man eine organische Säure wie Essigsäure oder Ameisensäure oder Kohlensäure einsetzt.
4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3 dadurch g e k e n n - z e i c h n e t , daß man als Alkalisilicat ein Natriumsilicat, Kaliumsilicat oder Lithiumsilicat einsetzt.
5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4 dadurch g e k e n n - z e i c h n e t , daß man ein Alkalisilicat mit Molver-

- 14 -

hältnis  $\text{SiO}_2$  zu  $\text{Me}_2\text{O}$  von 1 bis 4 einsetzt (Me=Alkalimetall).

6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5 dadurch gekennzeichnet, daß man ein Alkalisilicat mit Molverhältnis  $\text{SiO}_2$  zu  $\text{Me}_2\text{O}$  von 2,3 bis 2,7 einsetzt.

7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5 dadurch gekennzeichnet, daß man ein Alkalisilicat mit Molverhältnis  $\text{SiO}_2$  zu  $\text{Me}_2\text{O}$  von 3,5 einsetzt.

8. Verfahren nach Anspruch 1 bis 7 zur Herstellung von Pigmenten mit gleichzeitig geringem Zurückhaltevermögen für Wasser vor dem Trocknen und einer niedrigen Öleindickungszahl dadurch gekennzeichnet, daß man ausgehend von einer wässrigen Alkalisilicatlösung einen Teil dieser Lösung in einem Reaktor mit Rührwerk vorlegt, mit Säure bis zur beginnenden Ausfällung ansäuert, die Säurezugabe ohne Unterbrechung fortsetzt und gleichzeitig durch Zugabe des Restteils der Silicatlösung den pH-Wert des Reaktionsmediums bis zur beendeten Ausfällung konstant hält, worauf man das ausgefällte Pigment abtrennt, trocknet und fein vermahlt.

9. Verfahren nach Anspruch 8 zur Herstellung eines Pigmentes mit einer spezifischen Oberfläche von 50 bis  $200 \text{ m}^2/\text{g}$  dadurch gekennzeichnet, daß man durch Zugabe von Säure und Silicatlösung den pH-Wert des Reaktionsgemisches auf einen Wert von 8 bis 11 einstellt.